

# **REAKSI ANTARA METIL SINAMAT DENGAN SENYAWA-SENYAWA NITROFENIL AMINA**



**Disusun oleh :**

**SITI ROBINGATUN ISNAENI**

**M0310052**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan  
gelar Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS SEBELAS MARET  
SURAKARTA  
2015**

## HALAMAN PENGESAHAN

### Skripsi

## REAKSI ANTARA METIL SINAMAT DENGAN SENYAWA-SENYAWA NITROFENIL AMINA

SITI ROBINCATUN ISNAENI  
M0310052

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Venty Suryanti, M. Phil, Ph.D  
NIP. 19720817 199702 2001

Pembimbing II

Dr. Pranoto, M.Sc  
NIP. 19541030 198403 1002

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Rabu  
Tanggal : 25 November 2015

Anggota Tim Penguji :

1. Dr. Desi Suci Handayani, M.Si  
NIP. 19721207 199903 2001

1.

2. Dra. Tri Martini, M.Si  
NIP. 19581029 198503 2002

2.

Disahkan oleh

Kepala Program Studi Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Sebelas Maret Surakarta

Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si  
NIP 19730124 199903 2001

## **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “REAKSI ANTARA METIL SINAMAT DENGAN SENYAWA-SENYAWA NITROFENIL AMINA” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, November 2015

**SITI ROBINCATUN ISNAENI**

# REAKSI ANTARA METIL SINAMAT DENGAN SENYAWA-SENYAWA NITROFENIL AMINA

**SITI ROBINGATUN ISNAENI**

Program Studi Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.  
Universitas Sebelas Maret

## ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis senyawa turunan sinamaldehyd dari minyak kayu manis yang berpotensi sebagai sensor anion. Senyawa ini diharapkan mengandung gugus NH sebagai donor ikatan hidrogen dan gugus nitrofenil sebagai gugus pembentuk sinyal warna. Senyawa ini berhasil disintesis melalui 4 tahap reaksi. Pertama, isolasi sinamaldehyd dari minyak kayu manis menggunakan pelarut natrium bisulfit. Kemudian sinamaldehyd dioksidasi menggunakan asam kromat menghasilkan asam sinamat. Asam sinamat diesterifikasi menggunakan metanol menghasilkan metil sinamat dengan asam sulfat sebagai katalis. Setelah itu, metil sinamat kemudian direaksikan dengan senyawa-senyawa nitrofenil amina. Amina yang digunakan antara lain: 2-amino-4-nitrofenol, 4-nitroanilin dan 2,4-dinitroanilin. Identifikasi senyawa hasil sintesis dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, FT-IR,  $^1\text{H}$  NMR dan  $^{13}\text{C}$  NMR.

Sinamaldehyd didapatkan sebagai cairan jernih kekuningan dengan rendemen 80% dan titik didih  $-7\text{ }^\circ\text{C}$ . Asam sinamat didapatkan sebagai serbuk putih dengan rendemen 64,9 % dan titik leleh  $125\text{ }^\circ\text{C}$ . Sedangkan metil sinamat didapatkan sebagai cairan coklat tua dengan rendemen 42% dan titik didih  $33\text{ }^\circ\text{C}$ . Reaksi adisi nukleofilik terjadi antara metil sinamat dan 2-amino-4-nitrofenol menghasilkan senyawa 3-metil-(2-hidroksi-5-nitrofenilamino)-3-fenilpropanoat, sebagai gel kuning kecoklatan dengan titik lebur  $81\text{ }^\circ\text{C}$  dan rendemen 69%. Reaksi hidrolisis terjadi antara metil sinamat dan 4-nitroanilin menghasilkan asam sinamat. Sedangkan reaksi antara metil sinamat dan 2,4-dinitroaniline tidak terjadi karena struktur amina yang sangat besar (*bulky*).

**Kata kunci:** sinamaldehyd, asam sinamat, metil sinamat, nitrofenil amina, sintesis.

## REACTION OF METHYL CINNAMIC WITH NITROPHENYL AMINE COMPOUNDS

**SITI ROBINGATUN ISNAENI**

Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences.  
Sebelas Maret University.

### ABSTRACT

A novel derivate cynnamaldehyde from cinnamon oil was synthesized as a anion sensor. This compounds was expected NH group as a hydrogen bond donor and nitrophenyl group as a signalling unit. This compounds have been synthesized in four facile steps. The first, cynnamaldehyde was isolated from cinnamon oil with natrium bisulfit. Then, cynnamaldehyde was oxidized with chromate acid produced cinnamic acid. Cinnamic acid was esterified with methanol produced methyl cinnamate using sulfuric acid as a catalyst. Afterwards, methyl cinnamate was reacted with nitrophenyl amines. Amines was used: 2-amino-4-nitrophenol, 4-nitroaniline and 2,4-dinitroaniline. Identification of compounds synthesized used spectrophotometer UV-Vis, FT-IR,  $^1\text{H}$  NMR and  $^{13}\text{C}$  NMR.

Cynnamaldehyde was obtained as yellowish liquid in 80% yield and boiling point of  $-7^\circ\text{C}$ . Cinnamic acid was obtained as a white powder in 64.9% yield and melting point of  $125^\circ\text{C}$ . Then, methyl cinnamate was obtained as dark brown liquid in 42% yield and boiling point of  $33^\circ\text{C}$ . Nucleophilic addition reaction occurred between methyl cinnamate and 2-amino-4-nitrophenol produced methyl 3-(2-hydroxy-5-nitrophenylamino)-3-phenylpropanoate as yellowish brown gel in 69% yield and melting point of  $81^\circ\text{C}$ . Hydrolysis reaction occurred between methyl cinnamic and 4-nitroaniline produced cinnamic acid. Meanwhile, no reaction occurred between methyl cinnamic and 2,4-dinitroaniline because the structure of amine was added in this reaction is very bulky.

**Keywords:** cynnamaldehyde, cinnamic acid, methyl cinnamate, nitrophenyl amine, synthesis.

## **MOTTO**

“Sesungguhnya sesudah kesulitan ada kemudahan.  
Maka apabila engkau telah selesai (dari suatu urusan), maka kerjakanlah  
(urusan yang lain) dengan sungguh-sungguh”  
(Q.S. AL-Insyirah : 6-7)

“Keberhasilan tidak hanya diukur dari apa yang telah Anda raih,  
namun kegagalan yang telah Anda hadapi dan keberanian yang membuat Anda  
tetap berjuang melawan rintangan yang datang bertubi-tubi”  
(Orison Swett Marden)

“Life Is A Grace. Don't be afraid to face everything in your life.  
There will be happiness at the ending of the story”

## PERSEMBAHAN

*Kupersembahkan karya kecilku ini untuk:*

*Ibu dan Bapak tercinta yang selalu sabar menanti keberhasilanku. Terima kasih atas doa yang tiada putus, kerja keras tiada henti, pengorbanan yang tak terbatas dan kasih sayang tidak terbatas pula. Semuanya membuat ananda bangga memiliki kalian.*

*Tiada kasih sayang yang seindah dan seabadi kasih sayangmu*

*Kakak dan adikku tersayang yang tiada henti selalu memberikan motivasi kepadaku*

*Semua temanku yang selalu memberikan pengalaman yang tidak terlupakan.*

*Almamater*

## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah Yang Maha Pengasih dan Penyayang, yang memberi ilmu, inspirasi dan kemuliaan. Atas kehendak-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**REAKSI ANTARA METIL SINAMAT DENGAN SENYAWA-SENYAWA NITROFENIL AMINA**”.

Skripsi ini disusun untuk memenuhi sebagian dari persyaratan untuk mendapatkan gelar Sarjana pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sebelas Maret Surakarta. Penulis menyadari bahwa terselesaikannya skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan, dan pengarahan dari berbagai pihak. Untuk itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc (Hons), Ph. D., selaku Dekan FMIPA UNS.
2. Ibu Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si., selaku Kepala Program Studi S1 Kimia FMIPA UNS.
3. Ibu Venty Suryanti, M.Phil, Ph.D., selaku Pembimbing I, yang selalu memberikan motivasi dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
4. Bapak Dr. Pranoto, M.Sc., selaku Pembimbing II yang selalu memberikan pengarahan dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Ibu Dr.rer.nat Witri Wahyu Lestari, S.Si, MSc., selaku Pembimbing Akademik.
6. Bapak/ Ibu Dosen dan seluruh staf Jurusan Kimia FMIPA UNS atas semua ilmu yang bermanfaat.
7. Seluruh staf dan laboran Laboratorium Kimia Dasar dan Kimia Terpadu FMIPA UNS, atas bantuan dan kerjasama yang baik.
8. Teman-teman Kost Lestari Putri 1 yang setiap hari setia mendengarkan keluhan-keluhan selama penyusunan skripsi.
9. Teman-teman RCM yang senantiasa mengisi hari-hari penulis selama di UNS dengan penuh keceriaan, sukacita, selalu memberikan motivasi, dukungan dalam doa maupun tindakan, serta menjadi teman diskusi dan berbagi ilmu.



10. Teman-teman di Jurusan Kimia semua atas kebersamaan dan supportnya serta semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu, terima kasih atas semua bantuan, doa, dan restunya hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan karena keterbatasan penulis. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi hasil yang lebih baik lagi. Meskipun demikian, penulis berharap semoga laporan ini dapat bermanfaat dan memberikan tambahan ilmu bagi pembaca. Amin.

Surakarta, November 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iii
HALAMAN ABSTRAK .....	iv
HALAMAN ABSTRACT .....	v
HALAMAN MOTTO .....	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vii
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang Masalah.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	3
1.2.1 Identifikasi Masalah.....	3
1.2.2 Batasan Masalah.....	5
1.2.3 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II LANDASAN TEORI .....	7
2.1 Tinjauan Pustaka.....	7
2.1.1 Kayu Manis ( <i>Cinnamomum burmanii</i> ).....	7
2.1.2 Sinamaldehyda dan Turunannya.....	9
2.1.3 Reaksi-Reaksi Senyawa Organik.....	16
2.1.3.1 Reaksi Amidasi.....	16
2.1.3.2 Reaksi Adisi.....	18
2.1.4 Sensor Anion.....	19

2.2 Kerangka Pemikiran.....	21
2.1 Hipotesis .....	24
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>25</b>
3.1 Metode Penelitian.....	25
3.2 Tempat dan Waktu Penelitian.....	25
3.3 Alat dan Bahan Yang Digunakan.....	25
3.3.1 Alat.....	25
3.3.2 Bahan.....	26
3.4 Prosedur Penelitian.....	26
3.4.1 Isolasi Sinamaldehyd dari Minyak Kayu Manis.....	26
3.4.2 Oksidasi Sinamaldehyd menggunakan Asam Kromat.....	27
3.4.2 Esterifikasi Asam Sinamat menggunakan Metanol.....	27
3.4.4 Reaksi Amidasi antara Metil Sinamat dengan Senyawa- Senyawa Nitrofenil Amina .....	28
3.5 Teknik Pengumpulan Data.....	28
3.6 Teknik Analisis Data.....	28
3.6.1 Analisis dengan FT-IR.....	28
3.6.1.1 Sinamaldehyd.....	29
3.6.1.2 Asam Sinamat.....	29
3.6.1.3 Metil Sinamat.....	29
3.6.2 Analisis dengan NMR.....	29
3.6.2.1 Sinamaldehyd.....	30
3.6.2.2 Asam Sinamat.....	30
3.6.2.3 Metil Sinamat.....	30
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>31</b>
4.1 Isolasi Sinamaldehyd dari Minyak Kayu Manis.....	31
4.2 Oksidasi Sinamaldehyd menggunakan Asam Kromat.....	36
4.3 Esterifikasi Asam Sinamat menggunakan Metanol.....	41
4.4 Reaksi antara Metil Sinamat dan Senyawa-Senyawa Nitrofenil Amina.....	46

4.4.1 (a) 2-amino-4-nitrofenol.....	46
4.4.2 (b) 4-nitroanilin.....	53
4.4.3 (c) 2,4-dinitroanilin.....	57
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	59
5.1 Kesimpulan.....	59
5.2 Saran.....	59
DAFTAR PUSTAKA .....	60
LAMPIRAN-LAMPIRAN .....	66

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1.2.1 Sifat-sifat sinamaldehyda.....	9
Tabel 2.1.2.2 Serapan Gugus Fungsi Sinamaldehyd.....	10
Tabel 2.1.2.3 Serapan Gugus Fungsi Asam Sinamat.....	12
Tabel 2.1.2.4 Perbandingan Nilai Pergeseran Kimia Metil Sinamat dan Asam Sinamat.....	13
Tabel 2.1.2.5 Serapan Gugus Fungsi Metil Sinamat.....	15
Tabel 4.1.1 Serapan Gugus Fungsi Senyawa Sinamaldehyd Hasil Isolasi <sup>1</sup> H NMR Sinamaldehyd (CDCl <sub>3</sub> , 400 MHz).....	36
Tabel 4.2.1 Serapan Gugus Fungsi Senyawa Asam Sinamat Hasil Oksidasi.....	38
Tabel 4.2.2 Nilai Pergeseran Kimia (δ) Spektrum <sup>13</sup> C NMR dan <sup>1</sup> H NMR Asam Sinamat (CDCl <sub>3</sub> , 400 MHz).....	41
Tabel 4.3.1 Serapan Gugus Fungsi Senyawa Metil Sinamat.....	44
Tabel 4.3.2 Nilai Pergeseran Kimia (δ) Spektrum <sup>13</sup> C NMR dan <sup>1</sup> H NMR Metil Sinamat (CDCl <sub>3</sub> , 400 MHz).....	46
Tabel 4.4.1 Serapan Gugus Fungsi Senyawa Hasil Reaksi Metil Sinamat dengan 2-amino-4-nitrofenol.....	50
Tabel 4.4.2 Nilai pergeseran kimia (δ) spektrum <sup>13</sup> C NMR dan <sup>1</sup> H NMR 3-metil-(2-hidoksi-5-nitrofenilamino)-3-fenilpropanoat (MetD <sub>4</sub> , 400 MHz).....	52

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1.2.1 Reaksi adisi nukleofilik pembentukkan sinamaldehyd ....	9
Gambar 2.1.2.2 Mekanisme reaksi pemanjangan sistem terkonjugasi sinamaldehyd .....	11
Gambar 2.1.2.3 Mekanisme reaksi oksidasi sinamaldehyda dengan asam kromat .....	12
Gambar 2.1.2.4 Mekanisme reaksi asam sinamat dengan metanol.....	14
Gambar 2.1.3.1.1 Skema reaksi pembentukkan amida oleh ester dan ammonia.....	17
Gambar 2.1.3.1.2 Mekanisme reaksi amidasi antara asam sinamat dan anilin.....	17
Gambar 2.1.3.1.2 Skema reaksi amidasi oleh ester dan 1,3-diamino propane.....	18
Gambar 2.1.3.2.1 Skema reaksi adisi-1,4 nukleofilik .....	19
Gambar 2.1.3.2.2 Skema reaksi adisi metil sinamat.....	19
Gambar 2.1.4.1 Struktur senyawa (1) dan (2).....	20
Gambar 2.1.4.2 Struktur Senyawa Dihidropirazol-3-ol .....	21
Gambar 2.2.1 Mekanisme reaksi amidasi metil sinamat dengan (a) 2- amino-4nitrofenol, (b) 4-nitroanilin dan (c) 2,4- dinitroanilin.....	22
Gambar 2.2.2 Mekanisme reaksi adisi metil sinamat dengan (a) 2- amino-4nitrofenol, (b) 4-nitroanilin dan (c) 2,4- dinitroanilin.....	23
Gambar 4.1.1 Spektra UV-Vis sinamaldehyd (EtOH).....	32
Gambar 4.1.2 Spektra FT-IR sinamaldehyd (plat KBr).....	33
Gambar 4.1.3 Spektra <sup>1</sup> H NMR sinamaldehyd (CDCl <sub>3</sub> , 400 MHz). ....	34
Gambar 4.1.4 Kemungkinan Struktur Sinamaldehyd .....	35
Gambar 4.1.5 Spektra <sup>13</sup> C NMR sinamaldehyd (CDCl <sub>3</sub> , 400 MHz). ....	35
Gambar 4.2.1 Spektra UV-Vis Asam Sinamat (EtOH).....	37
Gambar 4.2.2 Spektra FT-IR asam sinamat (plat KBr) .....	38

Gambar 4.2.3	Spektra $^1\text{H}$ NMR sinamaldehyd dan asam sinamat ( $\text{CDCl}_3$ , 400 MHz). .....	39
Gambar 4.2.4	Spektra $^{13}\text{C}$ NMR sinamaldehyd dan asam sinamat ( $\text{CDCl}_3$ , 400 MHz)). .....	40
Gambar 4.3.1	Spektra UV-Vis Metil Sinamat (EtOH) .....	42
Gambar 4.3.2	Spektra FT-IR Metil Sinamat (plat KBr) .....	43
Gambar 4.3.3	Spektra $^1\text{H}$ NMR asam sinamat dan metil sinamat ( $\text{CDCl}_3$ , 400 MHz) .....	44
Gambar 4.3.4	Spektra $^{13}\text{C}$ NMR asam sinamat dan metil sinamat ( $\text{CDCl}_3$ , 400 MHz) .....	45
Gambar 4.4.1.1	Hasil uji KLT produk hasil reaksi(a) .....	47
Gambar 4.4.1.2	Spektra UV-Vis 3-metil-(2-hidoksi-5-nitrofenilamino)- 3-fenilpropanoat (Aseton) .....	48
Gambar 4.4.1.3	Spektra FT-IR hasil reaksi metil sinamat dengan 2- amino-4-nitrofenol (plat KBr).....	49
Gambar 4.4.1.4	Spektra $^1\text{H}$ NMR produk hasil reaksi metil sinamat dengan 2-amino-4-nitrofenol ( $\text{MetD}_4$ , 400 MHz).....	51
Gambar 4.4.1.5	Spektra $^{13}\text{C}$ NMR produk hasil reaksi metil sinamat dengan 2-amino-4-nitrofenol ( $\text{MetD}_4$ , 400 MHz).....	52
Gambar 4.4.1.6	Mekanisme reaksi pembentukan 3-metil-(2-hidroksi-5- nitrofenilamino)-3-fenilpropanoat.....	53
Gambar 4.4.2.1	Hasil uji KLT produk hasil reaksi(b) .....	55
Gambar 4.4.2.2	Spektra $^1\text{H}$ NMR produk hasil reaksi metil sinamat dengan 4-nitroanilin ( $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , 400 MHz).....	56
Gambar 4.4.3.1	Hasil uji KLT produk hasil reaksi (c).....	57
Gambar 4.4.1.6	Spektra $^1\text{H}$ NMR produk hasil reaksi metil sinamat dengan 2,4-dinitroanilin ( $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ , 400 MHz).....	58

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram Alir Percobaan .....	66
Lampiran 2. Hasil Perhitungan Mol Ekuivalen Reaksi .....	69
Lampiran 3. Hasil Perhitungan Rendemen.....	72
Lampiran 4. Hasil Perhitungan Pengenceran .....	74
Lampiran 5. Hasil Perhitungan Nilai Absorptivitas Molar .....	75
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi FT-IR Senyawa Hasil Sintesis.....	77
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi $^1\text{H}$ NMR Senyawa Hasil Sintesis .....	79
Lampiran 8. Hasil Karakterisasi $^{13}\text{C}$ NMR Senyawa Hasil Sintesis .....	82